

?fam jp03243696/pn

1/1 PLUSPAT - (C) QUESTEL-ORBIT- image
CPIM (C) JPO
PN - JP3243696 A 19911030 [JP03243696]
TI - (A) LOW-NOISE UREA GREASE COMPOSITION
PA - (A) NIPPON KOYU KK
PA0 - (A) NIPPON KOUYU:KK
IN - (A) TAKEMURA KUNIO; SAITO TAKASHI
AP - 1990JP-0039612 19900222
PR - 1990JP-0039612 19900222
IC - (A) C10M-115/08 C10N-030/00 C10N-030/08 C10N-050/10
AB - (JP03243696)

PURPOSE: To provide the title composition excellent in low-noise performance, heat resistance and durability compared to the conventional low-noise lithium soap grease, comprising a specific urea compound and a base oil at a specified proportion.

- CONSTITUTION: The objective composition comprising (A) 2 -40wt.% of a urea compound of the formula [R(sub 1) and R(sub 3) are each mixture of 8-18C alkyl and 5-95 (pref. 20-70)mol% of oleyl; R(sub 2) is 3,3'-dimethyl-4,4'biphenylene] and (B) 98 - 60 wt.% of a base oil consisting of α -olefin oligomer, paraffin mineral oil, dimethyl silicone, pentaerythritol tetraester etc.
- COPYRIGHT: (C)1991, JPO&Japio

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-243696

(43)Date of publication of application : 30.10.1991

(51)Int.Cl.

C10M115/08
// C10N 30:00
C10N 30:08
C10N 50:10

(21)Application number : 02-039612

(71)Applicant : NIPPON KOUYU:KK

(22)Date of filing : 22.02.1990

(72)Inventor : TAKEMURA KUNIO
SAITO TAKASHI

(54) LOW-NOISE UREA GREASE COMPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide the title composition excellent in low-noise performance, heat resistance and durability compared to the conventional low-noise lithium soap grease, comprising a specific urea compound and a base oil at a specified proportion.

CONSTITUTION: The objective composition comprising

(A) 2 - 40wt.% of a urea compound of the formula [R1 and R3 are each mixture of 8-18C alkyl and 5-95 (pref. 20-70)mol% of oleyl; R2 is 3,3'-dimethyl-4,4'biphenylene] and (B) 98 - 60 wt.% of a base oil consisting of α -olefin oligomer, paraffin mineral oil, dimethyl silicone, pentaerythritol tetraester etc.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's]

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-243696

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)10月30日

C 10 M 115/08
 // C 10 N 30:00
 30:08
 50:10

Z

8217-4H
8217-4H

審査請求 有 請求項の数 2 (全9頁)

⑯ 発明の名称 低騒音ウレアグリース組成物

⑰ 特 願 平2-39612

⑱ 出 願 平2(1990)2月22日

⑲ 発 明 者 竹 村 邦 夫 東京都大田区西六郷3丁目22番5号 株式会社日本砥油内
 ⑲ 発 明 者 齊 藤 隆 東京都大田区西六郷3丁目22番5号 株式会社日本砥油内
 ⑲ 出 願 人 株式会社日本砥油 東京都大田区西六郷3丁目22番5号
 ⑲ 代 理 人 弁理士 小田 治親

明 細 書

1. 発明の名称

低騒音ウレアグリース組成物

2. 特許請求の範囲

(1) 一般式

R1-NHCONR-R2-NHCONR-R3

〔式中、R1およびR3は炭素数8〜18のアルキル基とオレイル基の混合体であり、且つオレイル基の割合が5〜35モル%である。またR2は3,3'-ジメチル-4,4'-ジフェニレン基を意味す。〕

で示されるウレア化合物2〜10重量%と基油32〜60重量%からなることを特徴とする低騒音ウレアグリース組成物。

(2) 特許請求の範囲第1項記載のグリース組成物の2種類以上の混合体であって、高圧においても安定なグリース機能を保持することを特徴とする低騒音ウレアグリース組成物。

3. 発明の好適な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、低騒音を要求される軸受に用いられ

るジウレアグリース組成物に関するものである。

〔従来の技術とその問題点〕

近年の技術発展とユーザーの高騒音指向から自動車電気製品、OA機器、さらには自動車部品などにおいて、その本来的な機能向上とともに耳障りな騒音の低減が課題となっている。

この様な機器類の騒音の発生源の一つとして、モーターなど回転装置の回転軸を支えている軸受が挙げられる。この軸受から発生する音は、軸の部分から発生する音と一緒に機械全体の騒音レベルを押し上げる事になる。この軸受騒音の原因としては、軸受の加工不良、取り付け精度の問題、潤滑剤として使用するグリース中の異物や磨損微粒子の影響が挙げられるが、近年、問題となっているのは潤滑グリースに起因する騒音である。すなわち、軸受の回転軸と転動面の間の微小すき間に侵入した潤滑グリース中の異物や磨損微粒子がくだけたり、つぶれたりする時に軸受を振動させ、それが軸受の騒音として現われ

特開平3-243696 (2)

る。

低騒音を要求される軸受には、異物混入防止のため厳密に管理された製造工程により製造されるリチウム石鹸グリースが広く用いられているが、近年の使用条件の過酷化により高温でも長期間安定な性能を発揮するグリースが求められるようになってきた。

この様な要求に対して、リチウム石鹸グリースに比べて高温でも安定なゲル構造を有するウレアグリースを用いようという試みがなされているが、ウレアグリースはその増滑剤粒子の性質上、軸受騒音を発生させやすく、低騒音を要求される軸受にはほとんど普及していない。

本発明者らは、まずウレアグリースによる軸受騒音発生の原因を究明するため市販ウレアグリースに関して分析した結果、グリース中のウレア化合物の単位粒子（または単位繊維、以下同）の長径（または繊維長さ）は、大きくても10 μ m程度でほとんどが5 μ m以下であるにもかかわらず、その単位粒子が集まった20 \sim 200 μ m程度の塊集

体が多数存在し、この塊集体が軸受騒音の原因である事を突きとめた。

また、下記に示すアミン類、ジイソシアネート類、基油各々の割合せについて、アミンとジイソシアネートの反応により生成するウレア化合物と基油の重量比が10対80になるような配合を作成し、アミンの基油増滑とジイソシアネートの基油増滑を配合して反応させ、170 $^{\circ}$ Cまで加熱攪拌処理を行ない、室温まで放冷後、三本ロールミルで仕上げ処理するという一般的な製法により試作して分析を行なった。

アミン類

- n-プロピルアミン、イソプロピルアミン
- n-ブチルアミン、イソブチルアミン
- n-ペンチルアミン、n-ヘプチルアミン
- 3-メチルブチルアミン、n-オクチルアミン
- n-オクチルアミン、2-エチルヘキシルアミン
- n-ドデシルアミン、n-テトラデシルアミン
- n-ヘキサデシルアミン、n-オクタデシルアミン
- アニリン、4-ビフェニルアミン

- p-フェネチジン、p-アニジン
- p-ドデシルアニリン、シクロペンチルアミン
- シクロヘキシルアミン、ジヒドロアピエチルアミン、
- 3,5,5-トリメチルヘキシルアミン、
- オレイルアミン

ジイソシアネート類

- 1,5-ナフチレンジイソシアネート
- 4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート
- 2,4-トリレンジイソシアネート
- 3,3'-ジメチル-4,4'-ビフェニレンジイソシアネート
- ヘキサメチレンジイソシアネート

基油

- α -オレフィンオリゴマー（40 $^{\circ}$ C動粘度90cSt）
- パラフィン系鉱油（40 $^{\circ}$ C動粘度67cSt）
- ジメチルシリコン（25 $^{\circ}$ C動粘度200cSt）
- ペンタエリスリトールテトラエステル（40 $^{\circ}$ C動粘度91cSt）

分析結果は、オレイルアミンと3,3'-ジメチル

ル-4,4'-ビフェニレンジイソシアネートを基油中で反応させたグリースを除く、全ての試作グリースにおいて20 \sim 200 μ m程度の塊集体が多数存在する事を確認した。

20 \sim 200 μ m程度の塊集体の存在する試料のうち、n-オクチルアミンと4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネートをパラフィン系鉱油（40 $^{\circ}$ C動粘度67cSt）中で反応させたグリース、シクロヘキシルアミンと4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネートをペンタエリスリトールテトラエステル（40 $^{\circ}$ C動粘度91cSt）中で反応させたグリースについて、さらに三本ロールミルを通過させる処理を試みた結果、20回通過させると約60%程度減る事が確認された。しかし、さらに100回通過させても若干の減少は認められるが完全に消失するわけではなく、また、この様な方法は過大な時間と労力を要し、実用には供し難い。他の仕上げ処理方法としてホモジナイザー処理、ボールミル処理、コロイドミル処理を試みたが、顕著な効果は得られなかった。以上の様に、一収縮塊体ができてし

特開平3-243696(3)

まうと、機械的処理では限界があると考えられた。

農薬性の存在しなかったオレイルアミンと3,3'-ジメチル-4,4'-ビフェニレンジイソシアネートを基油中で反応させたグリースは、優れた低騒音性能を有しているが、長期静置保存すると、たとえば、鉱油を基油とするグリース（増潤剤含有量20重量%）では、60日間で稠和稠度（JIS K 2220 5.3）が271から328に変化するというように、かなり軟化する傾向を示し、また、滴点試験（JIS K 2220 5.4）では100℃以下で滴下してしまい、現実的には150℃以下の温度でしか使用できない。すなわち、この増潤剤を使用したグリースは、他のウレアグリースと比較して耐腐安定性および高温安定性が劣るという問題点があった。

【問題を解決するための手段】

そこで、本発明者らは、オレイルアミンと3,3'-ジメチル-4,4'-ビフェニレンジイソシアネートを基油中で反応させたグリースの優れた

安定性が劣るので、ともに本発明には適さない。

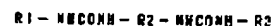
すなわち、上記一般式で示される増潤剤と基油からなるウレアグリース組成物は、優れた低騒音性能を有し、かつ、88日間静置保存での稠和稠度の変化が±10以下という耐腐安定性および滴点が100℃以上という高温安定性を有する。

さらに研究を重ねた結果、上記一般式のR1およびR2に含まれるアルキル基が異なる2種類以上のグリースを別々に製造し、それらを混合する事により、滴点が混合前のいずれのグリースよりも高くなり、さらに高温でも安定なゲル構造を有するグリースが得られる事を見いだした。グリースの割合比としては、混合された各種類のグリースの増潤剤の重量比が1対99になるような割合比でも滴点の上昇は認められるが、250℃以上の滴点を有するグリースを得るには、異なる増潤剤の重量比が10～90対90～10になるような割合比が望ましい。

以上のような方法によりウレアグリースの特徴である高耐腐安定性を有し、かつ、リチウム石鹸グ

リズ性能を損なう事なく、優れた耐腐安定性および高温安定性を有するように、その増潤剤について加意研究を重ねた結果、以下の一般式で示される増潤剤を見いだした。

一般式



【式中、R1およびR2は炭素数8～18のアルキル基とオレイル基の混合体であり、且つオレイル基の割合が5～95モル%である。またR2は3,3'-ジメチル-4,4'-ビフェニル基を要する。】

この式で、R1およびR2に炭素数が7以下のアルキル基やフェニル基、シグロアルキル基を含む場合は、増潤剤の凝集物が生成し本発明には適さない。R1およびR2に炭素数18を超えるアルキル基を含む場合は、その原料となる炭素のモノアミンを経済的価格で入手する事が難しいので実用には適さない。また、R1およびR2中に占めるオレイル基の割合は、5～95モル%好ましくは70～90モル%であり、5モル%未満では増潤剤の凝集物が生成し、95モル%を超えると耐腐安定性および高温安

定性より優れた低騒音性能を有する3つめて有用なウレアグリースの完成に至った。

本発明の特許請求の範囲第1項記載のウレアグリースは、たとえば、全アミン、全ジイソシアネートそれぞれの基油溶解性、80～120℃で混合し、攪拌しながら毎分1～5℃の速度で170～200℃まで昇温させ、放冷後、3本ロールミルで仕上げ処理するというような、公知の一般的な製法により得ることができる。また、本発明の特許請求の範囲第2項記載の増潤剤中に異なるアルキル基を含む2種類以上のグリースの割合も、それらグリースが均一によく混じりあってさえいれば、その方法、重量は特に限定されない。ただし、本発明の高温においても安定なゲル構造を有する特許請求の範囲第2項記載のグリースを得るためには、グリース同士を混合する必要があり、ジイソシアネートとアミンの反応時に異なる2種類以上のアルキルアミンを混合しても、目的とするウレアグリースは得られない。

本発明に用いる基油は一般に知られている潤滑

特開平3-243696(4)

油であり、鉱油、 α -オレフィンオリゴマー、シリコーン油、ジエステル油、トリエステル油、テトラエステル油、脂肪酸油、リン酸エステル油、ヒマシ油、フェニルエーテル油、アルキルナフタレン、アルキレングリコール等である。

本発明のジウレアグリース組成物において、増滑剤であるジウレア化合物の含有量は2～40重量部、好ましくは5～35重量部である。ジウレア化合物の含有量が2重量部未満の場合には、増滑効果が少なくグリース状にはならず、また、40重量部を越えるとグリースは硬くなりすぎて十分な潤滑効果が得られない。

本発明のジウレアグリースには、その目的とする性質を損ねることなしに、さらにその性能を向上させるため本来の成分とは別に、酸化防止剤、防錆剤、極圧剤などを適量加える事ができる。

〔作用〕

本発明の作用は概ね以下のように考えられるが、詳細なメカニズムを説明するには至っていない。

上に混合する事によって潤滑点が低くなる理由は、異なる性質を有する粒子、すなわち増滑剤中のアルキル基の異なる粒子が相互にゲル構造を構築し合うためと考えられる。

一般に、ジイソシアネート溶液に2種類以上のモノアミンを均一に分散させた溶液を加え反応させると、その両端に結合しているアミン基基の端によって3種類以上のジウレア化合物が生成し、それらの生成割合は使用するモノアミンの反応性と割合による。しかし、それらジウレア化合物分子はグリース中で、それぞれの増滑剤に別々の粒子を作っているわけではなく、相互に混じり合い、致密には個々の粒子は少しずつ異なる事はあっても、類似した性質を有する粒子になっていると考えられる。従って、ジイソシアネートとモノアミンの反応時に異なる2種類以上のアルキルアミンを混合しても、異なる性質を有する増滑剤粒子が相互にゲル構造を構築し合う事はできず、高潤滑点を有する本発明の特許請求の範囲第2項記載のジウレアグリースは得られない。

い。

本発明のジウレアグリースは、即ち、その増滑剤中にオレイル基と炭素数8～10のアルキル基とを適度に混在させる事を特徴とする。この方法によりオレイルアミンと3,3'-ジメチル-4,4'-ビフェニレンジイソシアネートを基油中で反応させて得られたグリースの貯蔵安定性および高温安定性が改良された。これは、炭化水素基が二重結合に対して同じ側にあるシス構造をとり、密着部の中央部分で大きく折れ曲った立体構造を有するオレイル基、すなわちシス-9-オクタデセニル基がジウレア分子中に存在するため、その立体構造の影響で増滑剤粒子の凝集体ができにくい、その立体構造ゆえの増滑剤としての不安定性を適度のアルキル基の割合で緩和したものと考えられる。

さらに、前記方法で得られたグリースのうち、増滑剤に異なるアルキル基を含む2種類以上のグリースを混合する事が第2の特徴である。この割合により貯蔵安定性がさらに改良された。このよ

〔実施例〕

本発明を以下の実施例、比較例により具体的に説明する。ここで実施例、比較例に用いる略語、用語、試験方法は以下の通りである。

① TGBI

3,3'-ジメチル-4,4'-ビフェニレンジイソシアネート

② 鉱油

パラフィン系精製鉱油 40℃動粘度87cSt

③ α -オレフィン

α -オレフィンオリゴマー 40℃動粘度20cSt

④ フェニルエーテル

アルキルジフェニルエーテル 40℃動粘度87cSt

⑤ オレイル/非オレイル比

グリース中の全ジウレア化合物の両末端基のオレイル基とそれ以外の炭化水素基(非オレイル基)とのモル比を示す。たとえば、オレイル基が90モル%、非オレイル基が10モル%ならば、90/10と表示する。

⑥ 貯蔵粘度

特開平3-243696(5)

JIS K 2220 5.3による。

の測定

JIS K 2220 5.4による。

摩擦安定度

グリース約500gを、25±3℃で80日間、密閉に密閉保存した後の重合度を測定し、下式で試験前との相違点を算出する。

相違点 = 80日後の重合度 - 試験前の重合度
相違率の値

きょう機物試験(JIS K 2220 5.8)を応用し、スライドガラスにグリースを塗布し、カバーガラスをかぶせてグリース厚さを20μmにし、光学顕微鏡(倍率100倍)で観察し、0.48mm×0.48mmの枠内にある20μm以上の大きさの凝集体を数える。

アンデロン値

アンデロンメーターはころがり軸受の振動測定器として広く使用されており、軸受の内輪を回転させ、スラスト荷重を負荷した外輪の振動をアンデロンという単位で指示する装置である。本発明

させて、それぞれのグリースを得た。

実施例10

実施例2、実施例6および実施例8で得たグリースを、それぞれ重量比40対30対30で混合し、3本ロールミルを2回通過させて、グリースを得た。

比較例7~10

市販ウレアグリースおよび市販塩化リチウム石鹸グリースである。

では軸受#260、グリース充てん量0.30g、軸受内輪回転数1600r.p.m.、スラスト荷重2.0kgという条件で、1分間軸受を回転させ、1分後のHigh Band(1800~1900Hz)における指示値をアンデロン値として読み取る。

次に、実施例、比較例の各グリースの配合および試験結果を示す。各グリースの製法は次の通りである。

実施例1~12、比較例1~6

表に示す配合で、高油圧釜に全ジオシアモートを80℃で加熱溶解した溶媒と残りの高油に全アミンを80℃で加熱溶解した溶媒を混合して20分間よく攪拌した。この混合物を攪拌しながら平均毎分200の速度で180℃まで昇温させた。昇温付近まで放冷後、3本ロールミルを2回通過させて、それぞれのグリースを得た。

実施例15~18

実施例2および実施例8で得たグリースを、表に示す配合で混合し、3本ロールミルを2回通過

特開平3-243696(6)

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6
原油 〔重量%〕	原油 83.00	原油 84.05	原油 84.00	原油 80.03	原油 80.99	原油 82.00
ジオクサノート 〔重量%〕	YD1 0.61	YD1 0.61	YD1 0.53	YD1 0.56	YD1 0.75	YD1 0.21
アミン 〔重量%〕	オレイルアミン 12.71	オレイルアミン 9.33	オレイルアミン 4.89	オレイルアミン 0.87	オレイルアミン 0.95	オレイルアミン 0.75
	オクタデシルアミン 0.58	オクタデシルアミン 4.94	オクタデシルアミン 0.41	オクタデシルアミン 12.75	ヘキサデシルアミン 2.70	オクタデシルアミン 3.00
オレイル/オクタデシル比 モル比	85/15	70/30	90/10	5/95	70/30	10/90
凝 和 温 度	267	268	237	232	254	256
滴 点 °C	189	194	215	226	185	189
貯 蔵 容 量 係	+7	+5	+1	-2	+3	+2
20℃以上の凝結体の割合	0	0	0	0	0	0
ア ン ヂ ロ ン 値	12.5	12.0	11.5	12.3	11.5	12.5

	実施例 7	実施例 8	実施例 9	実施例 10	実施例 11	実施例 12
原油 〔重量%〕	原油 86.00	原油 85.60	ローオレフィン 80.03	フェニルエーテル 78.08	原油 80.00	原油 80.00
ジオクサノート 〔重量%〕	YD1 0.35	YD1 5.56	YD1 0.91	YD1 2.83	YD1 0.74	YD1 7.10
アミン 〔重量%〕	オレイルアミン 0.88	オレイルアミン 7.84	オレイルアミン 0.35	オレイルアミン 11.22	オレイルアミン 0.25	オレイルアミン 0.22
	デシルアミン 2.37	オクタデシルアミン 1.02	オクタデシルアミン 0.04	オクタデシルアミン 0.85	オクタデシルアミン 2.17	オクタデシルアミン 2.04
					テトラデシルアミン 2.10	オクタデシルアミン 1.50
オレイル/オクタデシル比 モル比	70/30	70/30	70/30	70/30	60/40	60/40
凝 和 温 度	250	281	275	252	250	246
滴 点 °C	217	210	196	180	197	213
貯 蔵 容 量 係	+2	+1	0	+3	+3	0
20℃以上の凝結体の割合	0	0	0	0	0	0
ア ン ヂ ロ ン 値	13.0	11.5	12.0	12.3	12.0	13.5

特開平3-243696(7)

	実施例 13		実施例 14		実施例 15	
高 油 [重量%]	低 油 80.00	低 油 80.00	低 油 80.00	低 油 85.00	低 油 80.00	低 油 85.00
ジインシアネート [重量%]	7001 6.51	7001 5.54	7001 6.61	7001 9.54	7001 6.81	7001 5.54
アミン [重量%]	オレイルアミン 9.35	オレイルアミン 7.88	オレイルアミン 8.35	オレイルアミン 7.84	オレイルアミン 9.35	オレイルアミン 7.84
	オクタデシルアミン 4.04	オクタデシルアミン 1.82	オクタデシルアミン 6.84	オクタデシルアミン 1.82	オクタデシルアミン 4.84	オクタデシルアミン 1.82
オレイル/非オレイル比 モル比	70/30	70/30	70/30	70/30	70/30	70/30
各グリースの調点 °C	194	218	194	218	194	218
グリース配合比 重量比	9.75 : 89.25		7.85 : 92.15		68 : 32	
増製剤配合比 重量比	1 : 99		10 : 90		45.5 : 54.5	
調 和 質 量	268		238		277	
調 点 °C	222		235		263	
貯 蔵 安 定 度	+2		+1		0	
20 μ m 以上の凝集体の個数	0		0		0	
ア ン デ ロ ン 値	12.0		12.0		11.5	

	実施例 16		
高 油 [重量%]	低 油 80.00	低 油 82.00	低 油 85.00
ジインシアネート [重量%]	7001 6.81	7001 6.21	7001 5.54
アミン [重量%]	オレイルアミン 8.35	オレイルアミン 8.79	オレイルアミン 7.84
	オクタデシルアミン 4.04	テトラデシルアミン 8.00	オクタデシルアミン 1.82
オレイル/非オレイル比 モル比	70/30	70/30	70/30
各グリースの調点 °C	184	199	218
グリース配合比 重量比	48 : 52	30 : 70	30 : 70
増製剤配合比 重量比	44.7 : 55.3	30.2 : 69.8	25.1 : 74.9
調 和 質 量	258		
調 点 °C	273		
貯 蔵 安 定 度	-1		
20 μ m 以上の凝集体の個数	0		
ア ン デ ロ ン 値	12.0		

特開平3-243696 (8)

	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5	比較例 6
基油 [重量%]	基油 99.99	基油 99.99	基油 99.99	基油 99.99	基油 99.99	基油 99.99
ジイソシアート [重量%]	9001 0.42	1001 7.75	1001 7.47	1004 7.58	1001 7.91	1001 8.58
アミン [重量%]	オレイルアミン 19.39	オレイルアミン 10.17	オレイルアミン 16.59	オレイルアミン 16.77	オレイルアミン 19.79	オレイルアミン 8.27
		ブチルアミン 1.23	ペンチルアミン 1.95	シクロヘキシル アミン 1.79	アミリン 1.91	オクチルアミン 13.15
オレイル/非オレイル比 モル比	100/0	10/90	10/90	10/90	10/90	9/91
凝固温度	271	261	264	267	262	278
滴点	178	248	234	253	249	175
貯蔵安定度	+57	-4	-3	-5	+1	-3
20μm以上の凝集体の割合	0	15	10	17	18	18
アンデロン値	12.9	87.5	16.0	31.0	88.0	35.6

	比較例 7	比較例 8	比較例 9	比較例 10
	市販ウレアグリース A	市販ウレアグリース B	市販低騒音リチウム 石鹸グリース A	市販低騒音リチウム 石鹸グリース B
凝固温度	287	271	235	269
滴点	285	280	192	184
貯蔵安定度	-5	-3	+2	+3
20μm以上の凝集体の割合	17	12	0	4
アンデロン値	89.0	35.0	19.0	21.0

特開平3-243696(公)

実施例1～12から、増製剤中にオレイル基と炭素数8～18のアルキル基とを適量に混在させる事により、比較例1のグリースの低騒音性能を損なう事なしに、その貯蔵安定性および荷重安定性が改良された事がわかる。

実施例1～12のグリースは、適量は市販低騒音リチウム石鹼グリースと同程度であるが、20 μ m以上の凝集体は全く存在せず、また、アンダロンの値が11.5～12.5であり、比較例7～10に示す市販ウレアグリースおよび市販低騒音リチウム石鹼グリースよりも優れた低騒音性能を有している事は明らかである。

実施例11および実施例12のグリースは、増製剤中に異なるアルキル基を有するが、ジイソシアネートとの反応時に異なる2種類のアルキルアミンを加えたもので、グリース成分を混合したものではないため凝集点を有しない。

実施例13～16は、増製剤に異なるアルキル基を有する本発明の特許請求の範囲第1項記載のグリースを2種類以上混合したものであり、いずれ

のグリースも凝集点の向上が認められる。特に実施例14～16は、ウレアグリースの特徴である優れた荷重安定性と市販低騒音リチウム石鹼グリースよりも優れた低騒音性能を有する極めて有用なグリースである。

比較例1のグリースは、優れた低騒音性能を有するが、適度なアルキル基の混在がないため荷重安定性と貯蔵安定性が本発明グリースより劣っている。

比較例2～5のグリースは、その増製剤中に炭素数7以下のアルキル基またはシクロアルキル基またはフェニル基を含むので、増製剤の凝集体が発生し、目的とする低騒音性能を有していない。

比較例6は増製剤中のオレイル基が6モル%未満であるため、増製剤の凝集体が発生し、目的とする低騒音性能を有していない。

【発明の効果】

本発明に係る低騒音ウレアグリース組成物は、その増製剤であるジウレア化合物粒子の20 μ m以

上の凝集体の存在しない状態をジウレア化合物結晶の分散系であり、しかも炭素と同様の製法により製造することが可能である。

得られたジウレアグリース組成物は、市販低騒音リチウム石鹼グリースに優る低騒音性能および荷重安定性を有する事が確認された。

すなわち、本発明は従来の低騒音リチウム石鹼グリースより耐熱性、耐久性の優れた低騒音ウレアグリースを提供できるという効果を有する。

代理人 弁護士 小 田 祐 樹

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-243696
(43)Date of publication of application : 30.10.1991

(51)Int.Cl.

C10M115/08
// C10N 30:00
C10N 30:08
C10N 50:10

(21)Application number : 02-039612 (71)Applicant : NIPPON KOUYU:KK
(22)Date of filing : 22.02.1990 (72)Inventor : TAKEMURA KUNIO
SAITO TAKASHI

(54) LOW-NOISE UREA GREASE COMPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide the title composition excellent in low-noise performance, heat resistance and durability compared to the conventional low-noise lithium soap grease, comprising a specific urea compound and a base oil at a specified proportion.

CONSTITUTION: The objective composition comprising (A) 2 -40wt.% of a urea compound of the formula [R1 and R3 are each mixture of 8-18C alkyl and 5-95 (pref. 20-70)mol% of oleyl; R2 is 3,3'-dimethyl-4,4'biphenylene] and (B) 98 - 60 wt.% of a base oil consisting of α -olefin oligomer, paraffin mineral oil, dimethyl silicone, pentaerythritol tetraester etc.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

** Result [Patent] ** Format(P802) 29.Aug.2003 1/ 1

Application no/date: 1990- 39612[1990/02/22]

Date of request for examination: [1990/02/22]

Public disclosure no/date: 1991-243696[1991/10/30]

Examined publication no/date (old law): []

Registration no/date: []

Examined publication date (present law): []

PCT application no

PCT publication no/date []

Title of invention: LOW-NOISE UREA GREASE COMPOSITION

Applicant: NIPPON KOYU:KK

Inventor: TAKEMURA KUNIO,SAITO TAKASHI

IPC: C10M115/08 #C10N 30:00 #C10N 30:08

#C10N 50:10

FI: C10N 30:00 Z C10N 30:08 I C10N 50:10 I

C10M115/08

F-term: 4H104BE13B,DA02A,LA20,PA01,PA04,QA18

Expanded classification: 146,222

Fixed keyword:

Citation: [19,1994. 6.21,04:11] (04,JP, Unexamined Publication of Patent,S62-250097) (04,JP,

Unexamined Publication of Patent,S60-231796) (04,JP, Unexamined Publication of Patent,H01-284591) (04,JP, Unexamined

Publication of Patent,S59-5199

8) (11,JP, Unexamined Publication of Patent,H02-77494)

Priority country/date/number: () [] ()

Classification of examiners decision/date: (decision of rejection) [1994/12/20]

Final examinational transaction/date: () []

Examination intermediate record:

(A63 1990/ 2/22,PATENT APPLICATION UTILITY MODEL REGISTRATION APPLICATION,14000:)

(A621 1990/ 2/22,WRITTEN REQUEST FOR EXAMINATION,59800:)

(A23 1990/ 3/16,NOTICE OF APPLICATION NUMBER, :)

(A131 1994/ 7/19,WRITTEN NOTICE OF REASON FOR REJECTION, :)

(A313 1994/10/24,RETURN OF REASON FOR REJECTION, :)

(A02 1994/12/20,DECISION OF REJECTION, :)

*** Trial no/date [] Kind of trial [] ***

Demandant: -

Defendant: -

Opponent: -

Classification of trial decision of opposition/date: () []

Final disposition of trial or appeal/date: () []

Trial and opposition intermediate record:

Registration intermediate record:

Amount of annuities payment: year

Lapse date of right: []

Proprietor: -

Application no/date: 1982- 69141[1982/04/23]

Date of request for examination: [1989/04/05]

Public disclosure no/date: 1983-185693[1983/10/29]

Examined publication no/date (old law): []

Registration no/date: []

Examined publication date (present law): []

PCT application no

PCT publication no/date []

Title of invention: DIUREA GREASE AND ITS PREPARATION

Applicant: KOYO SEIKO CO LTD,NIPPON GREASE KK

Inventor: YASUI KEIGO,YOSHIDA MITSUO,KOMIYA HIROSHI,OGUCHI TOSHITARO,TOYODA
MASAAKI

IPC: C10M 5/20 C10M 5/22

FI: C10N 50:10 C10N 40:02 C10M177/00

C10M169/06 C10M135:10 C10M133:56 C10M115:08

F-term: 4H104BE01R,BE03R,BE06R,BE13B,BE16R,BF03C,BG06C,DB01B,FA01,FA02,JA01
,LA04,LA20,PA01,QA18

Expanded classification: 146,222

Fixed keyword:

Citation: [19,1989.11. 6,04] (04,JP, Examined Publication of Patent,S55-11156) (04,Domestic Book
,SEKIYUSEIHINTENKAZAI=S49@SAKURAI TOSHIO@PUB.KABUSHIKIGAISHIYA SACHISHIYOBOUT@P224-227)

(04,Domestic Book

,JIYUNKATSUZAITOGURI-SU=S43@HORIGUCHI HIROSHI@PUB.SANKIYOUSHIYUTSUPAN@P395-396)

Priority country/date/number: () [] ()

Classification of examiners decision/date: (decision of rejection) [1990/06/26]

Final examinational transaction/date: () []

Examination intermediate record:

(A63 1982/ 4/23,PATENT APPLICATION UTILITY MODEL REGISTRATION APPLICATION,06300:)

(A522 1983/ 7/23,WRITTEN AMENDMENT, :)

(A831 1984/ 9/25,OFFER FORM OF PUBLICATION ETC., :)

(A7D2 1989/ 2/ 9,NOTIFICATION OF LUMP CHANGE IN DOMICILE (REPRESENTATIVE), :)

(A621 1989/ 4/ 6,WRITTEN REQUEST FOR EXAMINATION,66000:)

(A523 1989/ 4/ 6,WRITTEN AMENDMENT, :)

(A731 1989/ 4/19,NOTIFICATION OF CHANGE IN DOMICILE (APPLICANT), :)

(A131 1989/11/28,WRITTEN NOTICE OF REASON FOR REJECTION, :)

(A523 1990/ 1/31,WRITTEN AMENDMENT, :)

(A53 1990/ 1/31,WRITTEN OPINION, :)

(A02 1990/ 6/26,DECISION OF REJECTION, :)

*** Trial no/date [] Kind of trial [] ***

Demandant: -

Defendant: -

Opponent: -

Classification of trial decision of opposition/date: () []

Final disposition of trial or appeal/date: () []

Trial and opposition intermediate record:

Registration intermediate record: